

# METHYL-BRANCHED FATTY ACID ESTER AND COSMETICS CONTAINING THE SAME ESTER

Publication number: JP4089450 (A)

Also published as:

Publication date: 1992-03-23

JP2893128 (B2)

Inventor(s): TAKADA HIROSHI; YAHAGI KAZUYUKI; TASHIRO KAZUHIRO

Applicant(s): KAO CORP

Classification:

- international: A61K8/00; A61K8/30; A61K8/37; A61Q5/00; C07C69/33; A61K8/00; A61K8/30; A61Q5/00; C07C69/00; (IPC1-7): A61K7/00, A61K7/06, C07C69/33

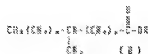
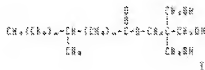
- European:

Application number: JP19900203688 19900731

Priority number(s): JP19900203688 19900731

## Abstract of JP 4089450 (A)

NEW MATERIAL: Methyl-branched fatty acid esters represented by formula I (m) and (n) are integer of 0-20 and (m+n)=1-20. EXAMPLE: Pentaerythritol monoisostearate. USE: A blending material for hair and skin cosmetics capable of providing a cosmetics excellent in spreading in application, free from stickiness, having a refreshed feeling in use, excellent in moisture retention and emulsion stability. PREPARATION: A lower alkyl ester of a methyl-branched fatty acid of formula II is made to react with pentaerythritol of formula III to obtain the objective methyl-branched fatty acid ester of formula I.



Data supplied from the **espacenet** database — Worldwide

⑫ 公開特許公報(A) 平4-89450

⑬ Int. Cl.<sup>5</sup>

C 07 C 69/33  
A 61 K 7/00  
7/06

識別記号

庁内整理番号

C

8018-4H  
9051-4C  
7038-4C

⑭ 公開 平成4年(1992)3月23日

審査請求 未請求 請求項の数 4 (全8頁)

⑮ 発明の名称 メチル分岐脂肪酸エステル及びこれを含有する化粧料

⑯ 特 願 平2-203688

⑰ 出 願 平2(1990)7月31日

⑱ 発 明 者 高 田 博 史 和歌山県和歌山市善明寺706-139

⑲ 発 明 者 矢 作 和 行 東京都江東区大島6-1-6-749

⑳ 発 明 者 田 代 和 宏 千葉県船橋市印内3-20-1

㉑ 出 願 人 花 王 株 式 会 社 東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号

㉒ 代 理 人 弁 理 士 有 賀 三 幸 外2名

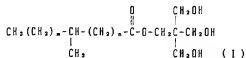
明 細 書

1. 発明の名称

メチル分岐脂肪酸エステル及びこれを含有する化粧料

2. 特許請求の範囲

1. 次の一般式(1)



〔式中、m 及び n はそれぞれ 0 ～ 20 の整数を示し、m と n の和は 1 ～ 20 である〕

で表わされるメチル分岐脂肪酸エステル。

2. 一般式(1)において、m と n の和が 10 ～ 16 である請求項1記載のメチル分岐脂肪酸エステル。

3. 一般式(1)において、m と n の和が 14 である請求項1記載のメチル分岐脂肪酸エステル。

4. 請求項1ないし3記載のメチル分岐脂肪酸エステルの一種又は二種以上を含有することを特徴とする化粧料。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は毛髪及び皮膚化粧料の配合素材として有用な新規メチル分岐脂肪酸エステル、及びこれを含有する塗布時にのびがよく、べたつきがなく、さっぱりとした使用感を与え、かつ保湿性に優れ、乳化安定性の良好な化粧料に関する。

〔従来の技術及び発明が解決しようとする課題〕

一般に、化粧料には種々の保湿剤が用いられているが、従来の保湿剤は配合量が少量であると保湿効果が充分得られず、また効果が得られる程多量に配合すると系の安定性を損う等の問題があった。

一方、エマルジョン型化粧料はその組成から、皮膚及び毛髪に適度な油分と水分を与えることができるため広く用いられている。そして、油成分の種類や量を変化させることにより、物性や使用感の異なる種々のエマルジョンが得られる。

しかしながら、エマルジョンは熱力学的に不安定な系であるため、その安定化は困難であり、これまでに多くの研究や試みがなされてきた。その

対策の一つが乳化助剤の添加である。かかる乳化助剤には、カチオン性助剤、アニオン性助剤、両性助剤及び非イオン性助剤があるが、配合できる油成分の範囲の広さから非イオン性助剤が最も好ましい。

非イオン性乳化助剤添加の例としては、例えば化粧用に、セタノールやセトステアリルアルコールなどの高級アルコールを添加すると液晶構造体をとるため、安定性が向上することが知られている。このように高級アルコールを添加する方法は高融点油脂の結晶化防止には有効であるものの、これらを安定状態を保つ程添加すると、粘度が非常に高くなり、塗布時にのびが悪く、油性感が強くてべたつくという欠点がある。また、高級アルコールの液晶構造体については、液晶構造の破壊によるパール様の光沢を持つ結晶の析出、粘度低下等の問題があった。

このため、組成物中にラメラ液晶構造体を形成するような非イオン性助剤を配合した組成物が開発されている。例えば、特公昭38-5050号公報に

特開昭57-77613号公報、特開昭57-94326号公報にもグリセロールエーテルを用いた脂質小球の水分散液が開示されているが、製造においてホモジナイズが必要であったり、クロロホルム・メタノール等の有機溶媒に脂質を溶解させ、次いで溶媒を蒸発せなくてはならなかったりし、製造工程が複雑であるため、工業的に困難を伴うという欠点があった。

以上のように従来の非イオン性助剤は、液晶形成温度範囲が狭く、また液晶形成温度が高かったりし、液晶を工業的に形成せしめることは困難であるという問題があった。

通常、化粧料において高融点の有効成分が均一に乳化、分散されずに分離している状態では、保湿性などの効果は充分に得られない。また非イオン性助剤の中には、保湿作用を有するものも存在するが、その作用は満足すべきものではなかった。

このため、化粧料の使用温度で広い濃度範囲にわたり結晶転移などの変化がなく均一に安定で、油性感がなく、かつ保湿効果に優れた化粧料の開

発は次の一般式 (II)



〔式中、p は 1～3 の整数を示す〕

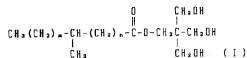
で表わされるトリオールを配合した皮膚及び毛髪養護剤が開示されている。しかしながらこのトリオールは水溶液中で逆ミドル液晶となるため、油性感が強く、また保湿効果も充分でないといった欠点があった。また、特開昭63-23737号公報には非イオン性両親媒性物質としてポリグリセロールエーテルを用いた脂質ラメラからなるニオソームの水性分散物が開示されている。これは脂質層間に含まれた水性区画である小胞内に水溶性の活性物質を被包せしめて安定性を改善したものである。しかしながら、これもニオソーム形成の際に80℃以上の高温処理が必要であるため、高温における安定性の悪い活性物質を配合する化粧料に応用することは困難であるという欠点があった。更に、特公昭58-8287号公報、特公昭61-56016号公報、

発が望まれていた。

〔課題を解決するための手段〕

斯かる実情において、本発明者らは、上記問題を解決すべく鋭意研究を行った結果、特定構造のメチル分枝脂肪酸エステルを用いれば、保湿性に優れた化粧料を得ることができ、更にこれをエマルジョン型化粧料に配合すれば、良好な保湿性に加え、エマルジョン等の安定化に寄与し、高融点の有効成分の均一領域を広げることが可能であり、塗布時にのびが良く、べたつきがなくさっぱりとした使用感を与えることができる優れた化粧料が得られることを見出し、本発明を完成した。

すなわち、本発明は次の一般式 (I)



〔式中、m 及び n はそれぞれ 0～20 の整数を示し、m と n の和は 1～20 である〕

で表わされるメチル分枝脂肪酸エステル並びにこれを含有する化粧料を提供するものである。



るが、特に特開昭61-267505号公報記載の如き分岐アルキル4級アンモニウム塩が好ましい。これら界面活性剤は全組成中に0.01~30%、好ましくは0.1~10%配合される。

更に、本発明の化粧料には、必要に応じて、通常化粧料、医薬品、食品等に使用される成分、例えば直鎖又は分岐鎖のアルキル基又はアルケニル基を有する高級アルコール類；流動パラフィン、ワセリン、固型パラフィン等の炭化水素類；液状ラノリン、ラノリン脂肪酸等のラノリン誘導体；ジメチルポリシロキサン、ポリエーテル変性ポリシロキサン、アミノ変性ポリシロキサン等のシリコン誘導体；高級アルコール高級脂肪酸エステル類、高級脂肪酸類、アルキル基又はアルケニル基を有する長鎖アミドアミン等の油脂類；ミントオイル、オリーブ油等の動植物性油脂類；抗フケ剤、殺菌剤、ビタミン類等の薬効剤；パラベン類等の防腐剤；水溶性高分子等の増粘剤；染料及び顔料等の着色剤；紫外線吸収剤；収れん剤；プロピレングリコール、グリセリン、カルビトール、3-

メチル-1, 3-ブタンジオール、糖類等の性の保湿剤；水、香料等を配合することができる。

本発明の化粧料は、通常の方法に従って製造することができ、例えば水中油型、油中水型乳化化粧料、油性化粧料等の基礎化粧料；口紅、ファンデーション等のメイクアップ化粧料；皮膚洗浄剤；ヘアリンス、トリートメント、整髪剤等の頭髮化粧料などとして適用することができる。

〔作用及び発明の効果〕

本発明の新規なメチル分岐脂肪酸エステル(I)は、保湿成分として優れ、また室温でサーモトロピック液晶を形成することから油性感が低くてのびが良く、更に高融点物質を液晶中に取り込むため、系の安定性を向上させ、有効成分を効果的に働かせる作用を有し、毛髪及び皮膚化粧料の配合素材として極めて有用である。

従って、本発明の化粧料は、塗布時にのびが良く、べたつきがなくさっぱりとした使用感を与え、しかも保湿性に優れ、乳化安定性も良好である。

〔実施例〕

以下に実施例を挙げて本発明を更に詳細に説明するが、本発明はこれらによって何ら限定されるものではない。

#### 実施例 1

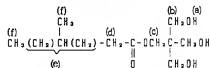
湿度計、攪拌機及び減圧装置の付いた蒸留冷却管を備えた1ℓの反応容器に、イステアリン酸メチル29.9g(0.1mol)、ペンタエリスリトール68g(0.5mol)、28%ソジウムメチラート/メタノール溶液1.9g及びジメチルホルムアミド450mlを仕込み、100℃で真空度100~120mmHgの条件にて2.5時間反応を行った。この反応のあいだにジメチルホルムアミドが約100ml反応系より蒸出した。反応の内容物を冷却後、約400mlの水を添加し、分層した。下層にエーテルを加えて抽出後、エーテル層を、始めに分層した上層に加え、各200mlの水にて3回水洗した。減圧下でエーテルを除去したのち、純度77%の粗ペンタエリスリトールモノイステアレートを得た(収率70%)。これをシリカゲルクロマトグラフィー(酢酸エチル/エタノール)により、薄層クロマトグラフィーで単

一成分を与えるまで精製して、ペンタエリスリトールモノイステアレート21g(収率50%)を得た(純度94%)。このものは室温でサーモトロピック液晶であった。

IR(液膜)  $\text{cm}^{-1}$ : (第1図)

3450(O-H), 2840~2950(C-H), 1720(C=O),  
1640(C-H), 1640(C-O)

$^1\text{H-NMR}(\text{CDCl}_3)\delta$  ppm: (第2図)



4.1 [ (a), 2H ], 3.6 [ (b), 6H ], 3.3  
[ (a), 3H ], 2.4 [ (d), 2H ], 1.1-1.7  
[ (e), 27H ], 0.9 [ (f), 6H ]

#### 試験例 1

実施例1で得られた本発明化合物と、従来知られている類似化合物(比較化合物)の、室温における性状及び水との相溶性について調べた。結果を表1表に示す。

第1表

試験化合物		性状 (室温)	水との相溶性
本発明化合物	実施例1で得られたもの	サーモトロピック液晶	均一に分散
比較化合物	トリメチロールプロパン	固 体	均一に溶解
	トリメチロールノナン	固 体	固 液 分 離
	トリメチロールヘプタデカン	固 体	固 液 分 離
	トリメチロールイソヘプタン	粘稠な液体	液 液 分 離
	ペンタエリスリトールモノステアレート	固 体	固 液 分 離
	ペンタエリスリトールモノオレエート	液 体	固 液 分 離

## 実施例 2

2 表に示す。

実施例1で製造した本発明化合物を用いて、第2表に示す組成のヘアリンス剤を調製し、そのリンス性能を調べた。

## 製造法：

70℃に加熱した水に、同温度に加熱して溶解した第2表に示す成分を加え、攪拌して混合させた後、攪拌しながら室温まで冷却し、ヘアリンス剤組成物を得た。

以下余白

## リンス性能の評価方法：

今までにコールドパーマ、ブリーチ等の美容処理を行ったことのない日本人女性の毛髪20g（長さ15cm）を束ね、この毛髪束をアニオン活性剤を主成分とする市販シャンプーで洗浄処理し、第2表に示すヘアリンス剤2gを均一に塗布し、次いで30秒流水ですすぎ洗った後、タオルドライを行った。この濡潤状態の毛束について、柔軟性、平滑性及び油性感を官能評価した。評価基準は特に優れている場合は◎、良好なものは○、同等なものは△、劣るものは×として示した。結果を第



実施例 4

ヘアトリートメント組成物: (%)	
① 2-ドデシルヘキサデシルトリメチルアンモニウムクロリド	1.5
② ステアリルトリメチルアンモニウムクロリド	1.0
③ ジメチルポリシロキサン(500cs)	1.0
④ セトステアリルアルコール	3.0
⑤ 本発明化合物(実施例1)	3.0
⑥ 流動パラフィン	3.0
⑦ ヒドロキシエチルセルロース(1%水溶液粘度8,000cp)	0.5
⑧ ポリオキシエチレンオレイルエーテル(B0=5)	0.5
⑨ メチルパラベン	0.2
⑩ 香料	0.4
⑪ 精製水	バランス
計	100.0

平滑性、柔軟性に優れ、かつ油性感が少なく、軽く、しっとりして良好な感触を付与するヘアトリートメント組成物を得た。

実施例 5

① ミリスチン酸イソトリデシル	1.0
② 3-メチル-1, 3-ブタンジオール	1.0
③ グリセリン	2.5
④ 流動パラフィン	2.5
⑤ 本発明化合物(実施例1)	0.2
⑥ 95%エチルアルコール	5.0
⑦ メチルパラベン	0.1
⑧ 香料	0.1
⑨ 噴射剤(LPG)	10.0
⑩ 精製水	バランス
計	100.0

\*1: 実施例 3 と同じ

良好な感触を付与するコンディショニングムース組成物を得た。

実施例 7

クリーム: (%)	
油相成分:	(%)
セタノール	2.0
ステアリン酸	3.0
トリメチロールイソヘプタデカン	3.0

ヘアクリーム組成物: (%)	
① ジ2-ヘキシルデシルジメチルアンモニウムクロリド	2.0
② セチルトリメチルアンモニウムクロリド	1.0
③ ジメチルポリシロキサン(1000cs)	0.5
④ 本発明化合物(実施例1)	1.0
⑤ セチルアルコール	5.0
⑥ ジプロピレングリコール	6.0
⑦ グリセリン	10.0
⑧ 流動パラフィン	3.0
⑨ 香料	0.4
⑩ 精製水	バランス
計	100.0

平滑性、柔軟性に優れ、べたつき感のない、良好な感触を付与するヘアクリーム組成物を得た。

実施例 6

コンディショニングムース組成物: (%)	
① ジアルキルジメチルアンモニウムクロリド*	0.5
② メチルフェニルポリシロキサン(300cs)	1.0
③ 本発明化合物(実施例1)	2.0
④ 脂質(イソステアリン酸コレステリルエステル)	8.0
⑤ モノラウリルグリセリン	2.0
⑥ ポリオキシエチレン(20)ソルビタンモノラウリル酸エステル	2.0

水相成分:

⑦ ジプロピレングリコール	10.0
⑧ 1, 3-ブチレングリコール	5.0
⑨ エチルパラベン	0.1
⑩ メチルパラベン	0.2
⑪ 香料	0.1
⑫ 精製水	バランス
計	100.0

本発明のクリームは使用感が良好で、優れた保湿効果を示した。

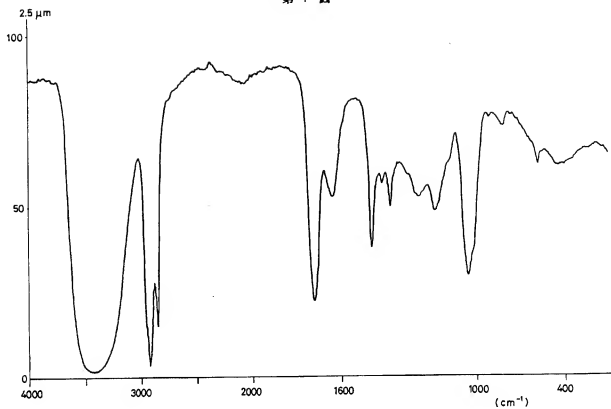
4. 図面の簡単な説明

第1図及び第2図はそれぞれ実施例1で得られたペンタエリスリトールモノイソステアレート18及びNMRの結果を示す図面である。

以上



第 1 図



第 2 図

